

(5)

(11)Publication number : 2003-088553  
 (43)Date of publication of application : 25.03.2003

(51)Int.Cl.

A61F 13/49  
 A61F 13/15  
 A61F 13/53  
 C08J 3/24  
 C08J 5/04  
 // A61F 5/44  
 C08L101:00

(21)Application number : 2001-284741

(71)Applicant : SUMITOMO SEIKA CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 19.09.2001

(72)Inventor : TANIGUCHI TAKAYASU  
 NAWATA YASUHIRO  
 FUJIKAKE MASATO**(54) ABSORBER AND ABSORPTIVE ARTICLE USING IT****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an absorber excellent in diffusion of liquid and minimized in flowback quantity, and an absorptive article using it.

**SOLUTION:** This absorber comprises a water absorptive resin in which the absorptive swelling pressure after 10 seconds from water absorption start is 10,000 Pa or less in a measurement of absorptive swelling pressure by use of physiological saline (0.9 wt.% sodium chloride aqueous solution) as test solution, and the absorptive swelling pressure after 300 seconds from water absorption start is 80,000 Pa or more, and a hydrophilic fiber. The water absorptive resin is subjected to surface crosslinking, and further preferably subjected to hydrophobic treatment. This absorber contains 30 wt.% or more and less than 100 wt.% of the water absorptive resin in relation to the total weight. The absorber is retained between a liquid permeable sheet and a liquid impermeable sheet to constitute the absorptive article.

**\* NOTICES \***

JPO and INPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

**CLAIMS****[Claim(s)]**

[Claim 1]An absorber containing hydrophilic resin whose absorption swelling pressure power 300 seconds after a water absorption start absorption swelling pressure power 10 seconds after a water absorption start in measurement of absorption swelling pressure power which uses a physiological saline (0.9-% of the weight sodium chloride aqueous solution) as test liquid is 10000 Pa or less, and is not less than 80000 Pa, and a hydrophilic fiber.

[Claim 2]The absorber according to claim 1 whose absorption swelling pressure power of 300 seconds after absorption swelling pressure power 10 seconds after the above-mentioned hydrophilic resin is 3000 Pa or less, and is not less than 90000 Pa.

[Claim 3]The absorber according to claim 1 or 2 whose saturation coefficient of water absorption to a physiological saline of the above-mentioned hydrophilic resin is 40 or more g/g.

[Claim 4]An absorber of any one description of the Claims 1-3 whose weight mean particle diameter of the above-mentioned hydrophilic resin is 200-600 micrometers.

[Claim 5]An absorber of any one description of the Claims 1-4 with which surface crosslinking of the above-mentioned hydrophilic resin is carried out.

[Claim 6]The absorber according to claim 5 with which canal processing of the above-mentioned hydrophilic resin is carried out.

[Claim 7]The absorber according to any one of claims 1 to 6 whose rate of the above-mentioned hydrophilic resin

is less than 100% of the weight of 30 % of the weight or more of the entire weight of the above-mentioned absorber.

[Claim 8] An absorbent article holding an absorber indicated between a fluid permeation sheet and a fluid non-permeation sheet at either of the Claims 1-7.

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

**DETAILED DESCRIPTION**

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the absorber used suitably for hygienic goods, such as a disposable diaper, an incontinence pad, and a sanitary napkin, and the absorbent article using it.

[0002]

[Description of the Prior Art] Absorbent articles, such as a disposable diaper, a sanitary napkin, a pad for incontinentia persons, generally comprise a liquid permeable sheet, a fluid impermeable sheet, and an absorber further held among those sheets.

[0003] An absorber has a role which absorbs and holds aqueous liquids excreted from the body, such as urine and menstrual blood; and is constituted by a hydrophilic fiber and hydrophilic resin.

[0004] By the way, a hydrophilic fiber and hydrophilic resin have a role which serves to be different in the absorber of an absorbent article, respectively.

[0005] First, although it is easy to emit the water absorbed when the coefficient of water absorption per unit quantity is low and the hydrophilic fiber required the pressure, it has the feature that water absorption speed is dramatically quick and liquid diffusibility is good. Therefore, the hydrophilic fiber has a role which diffuses maintenance of a fluid until hydrophilic resin absorbs a fluid, and a fluid. The hydrophilic resin which swelled can change, a hydrophilic fiber can close the crevice between particles, and the gel blocking which bars the liquid flow which passes along the crevice between particles can be prevented.

[0006] On the other hand, it has the feature which does not release water easily even if the coefficient of water absorption of hydrophilic resin per unit quantity is high and a pressure is applied to some extent. Therefore, hydrophilic resin has a role which absorbs and holds the fluid which the hydrophilic fiber held and diffused.

[0007] Therefore, in the absorber, the ratio of a hydrophilic fiber and hydrophilic resin is a factor which has on the performance greatly. That is, if the rate of a hydrophilic fiber is large, although the diffusibility of a fluid becomes good, the amount of reversion of the absorber of a fluid when a pressure is put will increase. If the rate of hydrophilic resin becomes large, what is called gel blocking that blocks a way will arise as the hydrophilic resin which swelled is for an aqueous liquid diffusing. As a result, the diffusibility of an aqueous liquid worsens, an aqueous liquid is absorbed only in the small field in an absorber, and performance of an original absorber cannot be demonstrated, but the amount of reversion of a fluid increases.

[0008] On the other hand, slimming down is progressing, and in an absorber, in order that absorbent articles, such as a disposable diaper and a sanitary napkin, may not reduce a coefficient of water absorption, they lessen content of the hydrophilic fiber in which it is bulky and a coefficient of water absorption is low, and are in the tendency which increases the rate of hydrophilic resin with many coefficients of water absorption in recent years.

[0009]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, if the rate of the hydrophilic resin in an absorber is enlarged for slimming down of an absorbent article, the hydrophilic resin in an absorber is effectively unutilizable for an above-mentioned reason. Therefore, the total amount of the aqueous liquid which can absorb an absorber becomes small, an aqueous liquid cannot be absorbed and there are problems, like the amount of reversion increases or the leakage from an absorber arises.

[0010] Therefore, this invention makes it the SUBJECT to excel in the diffusibility of a fluid and to provide an absorber with few amounts of reversion, and the absorbent article using it.

[0011]

[Means for Solving the Problem] By using for an absorber hydrophilic resin in which this invention persons have low absorption swelling pressure power in early stages of water absorption as a result of repeating examination wholeheartedly that above-mentioned SUBJECT should be solved, and subsequent absorption swelling pressure

power becomes high. Even if it enlarged a rate of hydrophilic resin, it excels in the diffusibility of a fluid, finds out that an absorber with few amounts of reversion of a fluid is obtained, and came to complete this invention.

[0012]Namely, absorption swelling pressure power 10 seconds after a water absorption start in measurement of absorption swelling pressure power which uses a physiological saline (0.9-% of the weight sodium chloride aqueous solution) as test liquid in this invention is 10000 Pa or less, An absorber whose absorption swelling pressure power 300 seconds after a water absorption start is not less than 80000 Pa and containing hydrophilic resin and a hydrophilic fiber is provided.

[0013]An absorber of this invention is generally used for absorbent articles, such as a disposable diaper and a pad for incontinentia persons. When an aqueous liquid permeates and diffuses in an absorber of an absorbent article, diffusing methods include two kinds of methods of diffusion by capillarity of a hydrophilic fiber, and diffusion by passing along a crevice between particles or gel. Since a hydrophilic fiber is in a dry state when an aqueous liquid permeates an absorber for the first time in water absorption of multiple times, the 1st diffusion has dominant diffusion by capillarity of a hydrophilic fiber. Therefore, as for hydrophilic resin, what does not check diffusion putting an external pressure on a hydrophilic fiber, i.e., hydrophilic resin in which early absorption swelling pressure power is stopped low, is preferred. That is, if hydrophilic resin swells, absorption swelling pressure power will occur and gel blocking will arise. Therefore, generating of gel blocking can be prevented by stopping absorption swelling pressure power low.

[0014]On the other hand, by water absorption of the 2nd henceforth, since a hydrophilic fiber contains water and diffusion by capillarity is seldom expectable, by water absorption of the 2nd henceforth, it becomes dominant spreading diffusion of an aqueous liquid according to passing along a crevice between gels. Therefore, absorption swelling pressure power in the second half of absorption is high, and hydrophilic resin which can secure a crevice between swelling gels enough is preferred.

[0015]In measurement of absorption swelling pressure power which uses a physiological saline (0.9-% of the weight sodium chloride aqueous solution) as test liquid from the above thing, Outstanding absorptivity can be maintained, when hydrophilic resin whose absorption swelling pressure power of 300 seconds after absorption swelling pressure power 10 seconds after a water absorption start of a physiological saline is 10000 Pa or less, and is not less than 80000 Pa was used for an absorber of an absorbent article and multiple-times absorption of the aqueous liquid is carried out.

[0016]Since hydrophilic resin used for this invention is hydrophilic resin in which absorption swelling pressure power 300 seconds after a water absorption start of a physiological saline which it is in the second half of absorption has a property value of not less than 80000 Pa, It can prevent emitting a fluid which hydrophilic resin which swelled also where a pressure is applied absorbed, and makes it possible to press down the amount of reversion of a fluid low.

[0017]As a result, in an absorber of this invention, since it is hard to produce gel blocking even if it enlarges a rate of hydrophilic resin, and hydrophilic resin can be used effectively and the amount of reversion can be reduced, although the conventional problem is avoided, slimming down of an absorbent article can be attained.

[0018]In order to enjoy more an effect which made the amount of reversion smaller and mentioned it above, It is preferred that absorption swelling pressure power 10 seconds after a water absorption start shall be 3000 Pa or less, and absorption swelling pressure power of 300 seconds after shall be not less than 90000 Pa, and it is preferred to make a saturation coefficient of water absorption to a physiological saline of hydrophilic resin into 40 or more g/g.

[0019]Here, absorption swelling pressure power shall put a pressure given outside when hydrophilic resin absorbs water and swells a fluid, and absorption swelling pressure power as used in the field of this invention shall put what was measured by a measuring method mentioned later.

[0020]As for weight mean particle diameter of hydrophilic resin used for this invention, it is preferred to be referred to as 200–600 micrometers.

[0021]As for hydrophilic resin used for this invention, it is preferred to perform surface crosslinking processing, and, in addition to surface crosslinking processing, it may perform canal processing.

[0022]Here, surface crosslinking constructs a bridge in a surface of hydrophilic resin, and means enlarging a surface degree of cross linking compared with a inner layer. For this reason, compared with what has not performed surface crosslinking, surface intensity is strong, when a fluid is incorporated in hydrophilic resin, it becomes difficult to produce gel blocking, and the hydrophilic resin in which surface crosslinking was performed can make good diffusibility at the time of water absorption. Therefore, if surface crosslinking is performed, in a stage in early stages of a water absorption start. Since absorption swelling pressure power is low stopped by surface crosslinking, while being able to make diffusion of a fluid dominant, absorption swelling pressure power and a saturation coefficient of water absorption can be greatly secured now from a water absorption start in the second half of the water absorption which is after fixed time (for example, 30 minutes) progress, and the amount of reversion at the time of application of pressure can be made small.

[0023]Hydrophobing processing is effective although swelling of early hydrophilic resin is suppressed low.

[0024]In an absorber of this invention, it is preferred that a rate of hydrophilic resin considers it as the 30-% of the weight or more less than 100% of the weight of range of entire weight of an absorber. On the other hand, an absorbent article of this invention is characterized by making an absorber mentioned above between a fluid permeation sheet and a fluid non-permeation sheet hold.

[0025]Slimming down of an absorbent article (absorber) can be attained in such an absorbent article (absorber), controlling the amount of reversion, since hydrophilic resin which has the characteristic mentioned above is used.

[0026]

[Embodiment of the Invention] The absorbent article which used the absorber of this invention and it for below is explained in detail. Although a disposable diaper, an incontinence pad, a sanitary napkin, etc. are mentioned as an absorbent article of this invention, it is not limited to these things.

[0027] An absorbent article generally comprises a liquid permeable sheet (top sheet), a fluid impermeable sheet (backsheet), and an absorber further held among those sheets. The liquid permeable sheet is arranged on the side in contact with the body, and a fluid impermeable sheet is arranged on the side which does not contact the body.

[0028] As a liquid permeable sheet, although a porous sheet or a nonwoven fabric of polyethylene, polypropylene, polyester, etc., etc., etc. is mentioned, for example, it is not a thing limited to these.

[0029] As a fluid impermeable sheet, although polyolefin system films, such as polyethylene and polypropylene, etc. are mentioned, for example, it is not a thing limited to these.

[0030] The absorber of this invention has a hydrophilic fiber and hydrophilic resin, and is constituted. Although the mixing structure which blended hydrophilic resin and a hydrophilic fiber uniformly, for example, the sandwich structure which held hydrophilic resin between stratified hydrophilic fibers, the structure which covered hydrophilic resin and a hydrophilic fiber with tissue, etc. are mentioned as a structure of an absorber, It is not limited to these things. The rate of the hydrophilic resin in an absorber is most preferably made into less than 100 % of the weight 60% of the weight or more 50% of the weight or more still more preferably 40% of the weight or more 30% of the weight or more to the entire weight of an absorber that slimming down of an absorbent article should be attained. In the absorber of this invention, a small amount of synthetic fibers may be included as an auxiliary material.

[0031] As a hydrophilic fiber, although there is no restriction in particular, cellulose fibers, such as non-wood pulp obtained from the pulp obtained, for example from wood, such as a needle-leaf tree and a broad-leaved tree, hemp, etc., or artificial cellulose fibers, such as rayon and acetate, are mentioned. As synthetic fiber textiles, polyolefine textiles, such as polyethylene and polypropylene, acrylic fibers, nylon, etc. are mentioned.

[0032] When absorption swelling pressure power is measured by using a physiological saline (0.9-% of the weight sodium chloride aqueous solution) as test liquid, the hydrophilic resin used for this invention, The absorption swelling pressure power 10 seconds after a water absorption start preferably 10000 Pa or less 3000 Pa or less, Still more preferably 100-3000 Pa more preferably 500-3000 Pa, Are 1000-3000 Pa most preferably and the absorption swelling pressure power 300 seconds after a water absorption start Not less than 80000 Pa, Not less than 90000 Pa of things [ 90000-200000 Pa of / 90000-180000 Pa of ] which are 90000-160000 Pa most preferably are used still more preferably more preferably.

[0033] Let preferably 200-600 micrometers of weight mean particle diameter of the hydrophilic resin used for this invention be the ranges of 300-500 micrometers in consideration of the handling nature at the time of absorber production, the using feeling of an absorbent article, etc. It becomes difficult to attain the purpose of this invention, since fines increase in number and it becomes easy to produce the handling nature of a granular material not only getting worse according to dusting etc. but gel blocking when weight mean particle diameter is less than 200 micrometers, It is because a using feeling when large particles increase and it is adopted as an absorbent article worsens when weight mean particle diameter exceeds 600 micrometers.

[0034] 40 or more g/g of saturation coefficients of water absorption [ 40-100g /of ] to the physiological saline of the hydrophilic resin used for this invention are [ g ] 40 - 80 g/g still more preferably 40 to 90 g/g more preferably. When a saturation coefficient of water absorption is less than 40 g/g, there is a possibility that the coefficient of water absorption of an absorber may become low.

[0035] As hydrophilic resin which can be used by this invention, An acrylate polymer bridge construction thing, the bridge construction thing of a vinyl alcohol acrylate copolymer, A maleic anhydride graft polyvinyl alcohol bridge construction thing, a bridge construction isobutylene-maleic anhydride copolymer, the alkali salt bridge construction thing of carboxymethyl cellulose, a polyacrylic acid partial neutralized substance bridging body, etc. can be mentioned. Preferably, an acrylate polymer bridge construction thing is used.

[0036] Such hydrophilic resin is obtained by generally polymerizing monomers, such as unsaturated carboxylic acid. As unsaturated carboxylic acid, acrylic acid, methacrylic acid, maleic acid, a maleic anhydride, fumaric acid, crotonic acid, itaconic acid, beta-hydroxyacrylic acid, beta-acrylic oxypropionic acid, and these salts are mentioned, for example.

[0037] The hydrophilic resin used by this invention may carry out copolymerization of other monomers to unsaturated carboxylic acid. As a copolymer component, for example (meta) Acrylamide, N-substitution (meta) acrylamide, 2-hydroxyethyl (meta) acrylate, 2-hydroxypropyl (meta) acrylate, Nonionic hydrophilic radical content monomer;N, such as methoxy polyethylene-glycol (meta) acrylate and polyethylene-glycol (meta) acrylate, N-dimethylaminoethyl (meta) acrylate, It is not limited in particular for a copolymer component although amino group content unsaturated monomers, the 4th class ghosts of those, etc., such as N,N-dimethylaminopropyl (meta) acrylate and N,N-dimethylaminopropyl(meta) acrylamide, can be mentioned. In this Description, methacrylic one and an acrylic shall be expressed as an acrylic (meta).

[0038] The degree of neutralization of the hydrophilic resin used by this invention is made into 30-90-mol % based on the number of mols of the acid radical in hydrophilic resin preferably [ considering it as 20-100 mol% of the range ], and more preferably. Neutralization of hydrophilic resin may be performed by a monomer and it may carry out during a polymerization and after a polymerization.

[0039] As a salt which neutralizes hydrophilic resin, although alkali metal salt, alkaline earth metal salt, ammonium salt, etc. are mentioned, alkali metal salt, such as sodium and potassium, is used especially preferably.

[0040] Especially as a polymerization method of the hydrophilic resin in this invention, although not limited, an

aqueous polymerization method, an opposite phase suspension polymerization method, a bulk polymerization method, the precipitate polymerizing method, etc. are mentioned. This desirable from the ease of an absorption performance side or polymerization control is an aqueous polymerization method and an opposite phase suspension polymerization method. 10 % of the weight – saturated concentration are desirable still more preferred, and let monomer aqueous solution concentration at the time of a polymerization be 25 % of the weight – saturated concentration.

[0041]Although the above-mentioned monomer is made into a polymerization or the method of carrying out copolymerization and is hereafter explained taking the case of an opposite phase suspension polymerization method, a polymerization method is not a thing limited to this.

[0042]In an opposite phase suspension polymerization method, a polymerization is performed by being in the state where the monomer aqueous solution was distributed, and using a polymerization initiator into an organic solvent, for example under existence of either [ at least ] a surface-active agent or the Polymer Division protective colloid.

[0043]In an opposite phase suspension polymerization method, as an organic solvent which distributes a monomer aqueous solution, Aliphatic hydrocarbon solvents, such as n-pentane, n-hexane, n-heptane, and ligroin; Cyclopentane, Alicycle fellows hydrocarbon solvents, such as methylcyclopentane, cyclohexane, and a methylcyclohexane; aromatic hydrocarbon solvents, such as benzene, toluene, and xylene, are used preferably. n-heptane and cyclohexane are used preferably especially.

[0044]As a surface-active agent, nonionic surfactants, such as a sorbitan fatty acid ester, polyglyceryl fatty acid ester, sucrose fatty acid ester, sorbitol fatty acid ester, and polyoxyethylene alkyl phenyl ether, are mentioned. If two or more sorts are mixed, and such a nonionic surfactant may be used and the opposite phase suspension polymerization of the monomer aqueous solution can be carried out, the kind in particular will not be limited.

[0045]On the other hand as Polymer Division protective colloid, for example Ethyl cellulose, ethyl hydroxyethyl cellulose, Maleic anhydride modified polyethylene, maleic anhydride denaturation polybutadiene, the maleic anhydride denaturation EPDM (ethylene propylene diene terpolymer), etc. are used.

[0046]An above-mentioned nonionic surfactant and Polymer Division protective colloid, It can also use together with anionic surface-active agents, such as fatty acid salt, alkylbenzene sulfonates, an alkyl methyl taurine acid salt, polyoxyethylene-alkyl-phenyl-ether sulfuric ester salt, and a polyoxyethylene-alkyl-ether sulfonate.

[0047]The amount of a surface-active agent or the Polymer Division protective colloid used is preferably made into 0.2 to 3 % of the weight 0.1 to 5% of the weight, for example to a monomer aqueous solution. Distributing becomes insufficient when the amount used is less than 0.1 % of the weight. On the contrary, even if it exceeds 5 % of the weight, the effect of balancing it is not acquired.

[0048]A polymerization initiator can be used when making a polymerization start. It is preferred to use the water-soluble radical polymerization initiator generally [ , such as potassium persulfate, ammonium persulfate, and sodium persulfate, ] used as a polymerization initiator. Such a water-soluble radical polymerization initiator can be used together with sulfite salt etc., and can also be used as a redox system polymerization initiator.

[0049]The amount of the polymerization initiator used is 0.005–1.0-mol % to the total quantity of the above-mentioned monomer. It is because a polymerization takes place rapidly when a polymerization reaction will take a long time when there is less amount used than 0.005–mol %, and exceeding 1.0–mol %, so polymerization control becomes difficult.

[0050]Although the polymerization temperature at the time of performing a polymerization reaction changes with polymerization initiators to be used, it is usually 40–80 \*\* preferably 20–110 \*\*. When polymerization temperature is lower than 20 \*\*, since a rate of polymerization falls and polymerization time becomes long, it is not economical. On the contrary, when higher than 110 \*\*, it becomes difficult to remove the heat of polymerization and it becomes difficult to perform a smooth polymerization reaction.

[0051]As for the hydrophilic resin used for this invention, it is preferred that the bridge is constructed over the inside the cross linking agent which has two or more polymerization nature unsaturation group and two or more reactant groups, a reaction, or by carrying out copolymerization. Hydrophilic resin may be a self-bridge construction type which does not need a cross linking agent. As the above-mentioned cross linking agent, ethylene glycol, propylene glycol, Trimethylopropane, glycerin, polyoxyethylene glycol, JI of polyols or Tori (meta) acrylic ester, such as polyoxypropylene glycol and polyglycerin; Said polyols, maleic acid, Unsaturation acids, such as boleic acid. The JITORI (meta) acrylic ester produced by making screw acrylamide; polyepoxide and acrylic acid (meta), such as unsaturated polyester; N,N'-methylenebis (meta) acrylamide produced by making react, react; Trimethylene diisocyanate, JI (meta) acrylic acid carbamine ester species produced by making polyisocyanate and acrylic acid (meta) hydroxyethyl, such as hexamethylene di-isocyanate, react; Arylation starch, Arylation cellulose, diallyl phthalate, N,N', N''-triallyl isocyanurate, divinylbenzene, etc. are mentioned.

[0052]On the other hand, as a cross linking agent using a reaction with the carboxyl group in unsaturated carboxylic acid or its polymer, it is a diglycidyl ether compound, an isocyanate compound, etc., for example, and the diglycidyl ether compound is suitable especially in these. As an example of a diglycidyl ether compound, (Poly) There are ethylene glycol diglycidyl ether, propylene glycol (poly) diglycidyl ether, glycerin (poly) diglycidyl ether, etc., and a result with the especially most preferred polyethylene glycol diglycidyl ether is given.

[0053]The cross linking agent may have simultaneously a polymerization nature unsaturation group and two or more reactive functional groups, respectively.

[0054]The amount of the cross linking agent used which constructs a bridge in the inside of hydrophilic resin is 0.005 to 0.5 % of the weight still more preferably 0.003 to 1% of the weight preferably 0.001 to 3% of the weight to

the total quantity of the above-mentioned monomer. When the amount of the cross linking agent used is less than 0.001 % of the weight, there is a possibility that the resin obtained may serve as water solubility. When exceeding 3 % of the weight, there is a possibility that the coefficient of water absorption of the hydrophilic resin obtained may fall.

[0055]In order to obtain the hydrophilic resin which has the physical properties for attaining the purpose of this invention, it is preferred to add a cross linking agent after the end of a polymerization of a monomer, and to construct a bridge in the surface of hydrophilic resin. Since swelling of the hydrophilic resin in the early stages of water absorption can be controlled by performing surface crosslinking, early absorption swelling pressure power can be controlled. In the swelling gel of hydrophilic resin, the pressure which can prevent modification by the external pressure of resin and which it is got blocked and given outside by swelling of hydrophilic resin can be kept high by making surface intensity of swelling gel high by surface crosslinking.

[0056]As a surface crosslinking agent, what can react to the carboxyl group in hydrophilic resin is used. For example, ethylene glycol diglycidyl ether (poly), glycerol polyglycidyl ether (poly), (Poly) Epoxy compounds, such as propylene glycol diglycidyl ether and glycidol; Epichlorohydrin, Halogenation epoxy compounds, such as EPIBU ROM hydrin and alpha-methylepichlorohydrin; (poly) Ethylene glycol, (Poly) Propylene glycol, 1,3-propanediol, glycerin (poly), Diol, pentanediol, hexandiol, and cyclohexanediol. Trimethylolpropane, diethanolamine, triethanolamine, Polyol compounds, such as polyoxypolypropylene, pentaerythritol, and sorbitol; Ethylenediamine, Diethylenetriamine, triethylenetetramine, tetraethylenepentamine, Polyhydric amine compound;2, such as pentaethylenehexamine, polyethyleneimine, and polyamide polyamine, 4-tolylene diisocyanate, Polyvalent oxazoline compounds, such as multivalent isocyanate compound;1, such as hexamethylene di-isocyanate, and 2-ethylenebis oxazoline; Gamma-glycidoxypolypropyltrimetoxysilane. Silane coupling agents, such as gamma-aminopropyl trimethoxysilane; although polyvalent metal compounds, such as hydroxide, such as aluminum, magnesium, and titanium, and a chloride, etc. are mentioned, it is not limited in particular. [0057]An epoxy compound and a polyol compound are more preferably used among the illustrated surface crosslinking agents. These surface crosslinking agent may be used independently and may use two or more kinds together.

[0058]The amount of the surface crosslinking agent used is 0.03 to 3 % of the weight still more preferably 0.02 to 4% of the weight preferably 0.01 to 5% of the weight to the total quantity of the above-mentioned monomer. When the amount of the cross linking agent used becomes less than this range, there is a possibility that the gel strength at the time of water absorption of hydrophilic resin may fall, and the purpose may not be attained. There is a possibility that a coefficient of water absorption may fall to a degree very much on the other hand if more than this range, and it is not desirable.

[0059]About the addition stage of a surface crosslinking agent, especially if it is after the end of a polymerization of a monomer, it will not be limited, but adding under existence of water is preferred. About the quantity of water, it is desirable that it is five to 200 weight section preferably one to 300 weight section to hydrophilic resin solid content 100 weight section.

[0060]The addition method of a surface crosslinking agent is not limited in particular, although the method of adding after distilling a constant rate of water out of hydrous polymer immediately after the end of a polymerization, for example, or the method of spraying the surface crosslinking agent which the hydrophilic resin of the granular material was made to distribute in a small amount of water, and adding uniformly is mentioned.

[0061]To the hydrophilic resin used for this invention, it is preferred to perform canal processing if needed.

[0062]How for canal processing to spray and dry the solution which dissolved the hydrophobic material in various solvents, for example at the hydrophilic resin of a granular material, and coat, It can carry out by the method of polymerizing and drying and coating with the bottom of existence of a hydrophobic material in the case of manufacture of hydrophilic resin, the method of adding a hydrophobic material to the slurry after the polymerization of hydrophilic resin, etc. In this invention, the method of canal processing is not limited to these.

[0063]As a hydrophobic material, substantially A material insoluble to water, for example, n-dodecane, High-class aliphatic hydrocarbon, such as n-hexadecane and n-heptadecane, a dodecan-1-oar, High-class fatty alcohol, such as a hexadecan-1-oar, a sorbitan fatty acid ester, High-class aliphatic compounds, such as higher-fatty-acid ester species, such as polyglyceryl fatty acid ester, sorbitol fatty acid ester, and sucrose fatty acid ester, Lauric acid amide, Higher fatty acid amide, such as oleic amide and erucic acid amide; Polyethylene, Polypropylene, ethylene/vinyl acetate copolymer, oxidation denaturation type polyethylene, Maleic anhydride modified polyethylene, maleic anhydride denaturation polybutadiene, Polyolefine [ such as the maleic anhydride denaturation EPDM (ethylene propylene diene terpolymer) ], polyamide [ such as nylon, ], — polyester [ such as polyethylene terephthalate ], — cellulose acetate. Cellulose derivatives, such as cellulose propionate, a cellulose petit rate, ethyl cellulose, benzyl cellulose, and ethylhydroxycellulose; inorganic powder etc. by which canal processing was carried out, such as hydrophobic silica, are mentioned. These things may be used independently, and two or more kinds can also be used together and used for them. Fatty acid ester is preferred and HLB of HLB is [ four or less / three or less fatty acid ester ] especially, still more preferably preferred [ HLB / five or less ] preferably.

[0064]The addition of a hydrophobic material has 0.001 to 20 preferred weight section to hydrophilic resin 100 weight section.

[0065]Various things, such as a single globular shape, a condensed globular shape, protean powder, protean granularity, and the shape of infinite form powder which were condensed, can use preferably the shape of the hydrophilic resin obtained with the above-mentioned polymerization method for this invention.

[0066]To the hydrophilic resin obtained in this way, additive agents, such as lubricant, an oxidizer, a reducing agent, a deodorizer, and an antimicrobial agent, may be added for the purpose of other functional grants.

[0067]

[Example]Hereafter, although working example and a comparative example explain this invention, it is preceded, about the parameter in each working example and each comparative example, the measuring method is ranked second and the example of manufacture of the hydrophilic resin used by each working example and each comparative example is explained.

[0068]Saturation coefficient of water absorption: In the beaker of 500-ml \*\*, it distributes to the physiological saline 500g, and the hydrophilic resin 2.0g was agitated quietly and swollen for 1 hour. Next, the physiological saline was filtered using 75 micrometers of opening standard sieve of the JIS-Z8801-1982 correspondence which measured the weight Wa (g) beforehand. It is neglected for 30 minutes in the state where it leaned so that the angle which receives horizontally and accomplishes a standard sieve might be about 30 degrees, After removing an excessive physiological saline, the screen weight Wb (g) having contained swelling gel was measured, and the saturation coefficient of water absorption was computed by \*\*(ing) what subtracted the weight Wa of the standard sieve (g) from this weight Wb (g) by the weight (2.0g) of hydrophilic resin.

[0069]Weight mean particle diameter: About the hydrophilic resin 100g, they are eight standard sieves (850 micrometers of openings) of 8801 to JIS-Z1982 correspondence. It put into the screen with the largest opening of 500 micrometers, 355 micrometers, 300 micrometers, 250 micrometers, 180 micrometers, 106 micrometers, and a saucer, and was made to vibrate for 10 minutes using a low tap type screen vibrator. The weight of the hydrophilic resin which remained in each plus sieve was measured, and addition weight computed the weight mean particle diameter which becomes 50% of the weight of full weight with the following formula based on the result.

[0070]

[Equation 1]

$$\text{重量平均粒子径} = \left( \frac{50-A}{D-A} \right) \times (C-B) + B$$

[0071]A integrates weight one by one from the coarser one of particle size distribution among a formula, and addition weight is less than 50 % of the weight.

And it is the integrated value (g) concerned at the time of calculating the integrated value of the point nearest to 50 % of the weight, and B is a turning point difference (micrometer) when the integrated value concerned is calculated.

D integrates weight one by one from the coarser one of particle size distribution, and addition weight is 50 % of the weight or more.

And it is the integrated value (g) concerned at the time of calculating the integrated value of the point nearest to 50 % of the weight, and C is a turning point difference (micrometer) when the integrated value concerned is calculated.

[0072]Absorption swelling-pressure power: In measurement of absorption swelling pressure power, it is harmony elaborate incorporated company make. The precise type LEO robot (form KA300PV) was used. First, glass filter [ 4 cm in diameter ] No.1 (100-120 micrometers in aperture) is put on the center section of 10 cm in diameter the petri dish made from SUS. The pillar made from an acrylic (height: 5 cm and 2 cm in inside diameter) which stuck the nylon mesh sheet (75 micrometers in aperture) on the base part on it was put so that the central part might be in agreement with the central part of a glass filter. And the glass filter and the petri dish made from SUS which laid the pillar made from an acrylic were put on the cross table of a main part.

[0073]Next, the pillar type axis (about 1.97 cm in diameter) which enters exactly in the cylinder of point \*\* was attached to the lower part of a load cell, the top control drive box was adjusted, and the column axis attached to the lower part of a load cell was inserted in the pillar made from an acrylic. And in the state, the top control drive box was adjusted and the bottom of the column axis amended the mesh sheet and the point to stick at the zero point. Height when the column axis was raised from the state 0.4 mm was made into the reference point when measuring swelling pressure.

[0074]Then, the top control drive box was raised and the pillar made from an acrylic of point \*\* was taken out. And the hydrophilic resin 0.02g by which grain refining was beforehand carried out to 180-355 micrometers was uniformly sprinkled in the pillar made from an acrylic. And again, the pillar made from an acrylic was put so that the central part might be in agreement with the central part of a glass filter.

[0075]And after moving the pillar type axis attached to the load cell lower part to the reference point (point higher 0.4 mm than a zero point) set up as the point, The petri dish made from SUS was filled with 50 ml of physiological salines (0.9-% of the weight salt solution) from whether it is direct to a glass filter so that there might be nothing, and aging of the absorption swelling pressure power from the water absorption start of hydrophilic resin was measured. Measurement was performed twice and the average value was made into absorption swelling pressure power (Pa).

[0076]Measurement of a rate of absorption, the amount of reversion, and diffusion length: In advance of measurement of a rate of absorption, the amount of reversion, and diffusion length, the size created the absorber the rates of 22 g and hydrophilic resin weigh 40 cm x 12 cm, and it weighs [ whose ] 50 % of the weight and 60 % of the weight. This absorber the wood pulp 10g and the hydrophilic resin 10g which were cracked when the rate of hydrophilic resin was 50 % of the weight, When the rate of hydrophilic resin is 60 % of the weight, the crushed pulp 8g and the hydrophilic resin 12g. After holding between tissue what carried out dry blending using the mixer, 196000-Pa load was added to the whole sheet surface, and it pressed for 30 seconds, and created by arranging a

fluid permeation sheet in the upper part, and arranging a fluid non-permeation sheet in the lower part.

[0077]While measurement of the rate of absorption used a cylinder 3 cm in diameter near the center of each absorber and poured 50-ml artificial urine into it, it started the stopwatch, and it was performed by measuring time until artificial urine permeates an absorber thoroughly. What put 60 g of sodium chloride, the calcium chloride 2 hydrate 1.8g, and the magnesium chloride 6 hydrate 3.6g into 10L container, was prepared to 6000 g with distilled water, and was colored in the blue No. 1 was used for artificial urine.

[0078]By pouring in 50-ml artificial urine in a similar way again from the same position in 30 minutes, the 2nd rate of absorption was measured, the still more nearly same operation also in 30 minutes was repeated, and the 3rd rate of absorption was measured.

[0079]The amount of reversion sets to about 80g in piles the filter paper folded in 10 cm x 10 cm 60 minutes after the 3rd artificial urine pouring. After measuring the weight Wc (g) beforehand, it was placed in the center of an absorber, after putting 5-kg weight (area of base = 10 cm x 10 cm) and weighting it for 5 minutes from on the, weight was removed, and the weight Wd of the filter paper which absorbed reversion liquid (g) was measured. It computed by deducting the weight Wc of a dry filter paper (g) from this weight Wd (g).

[0080]Diffusion length computed by measuring the spread size (cm) of the longitudinal direction of each absorber with which artificial urine permeated after measurement of the amount of reversion.

[0081]The example 1 of manufacture: 500 ml of n-heptane was added to the 5 mouth cylindrical round bottom flask of 1000-ml \*\* provided with an agitator, the reflux condenser, the dropping funnel, the thermometer, and the nitrogen gas introducing pipe. As protective colloid, HLB adds 0.92g of sucrose fatty acid ester (Mitsubishi Chemical foods incorporated company make S-370) of 3.0 to this, and distributed it, and temperature up was carried out to 55 \*\*, and it dissolved.

[0082]On the other hand, the Erlenmeyer flask of 500-ml \*\* was prepared and the acrylic acid aqueous solution 92g was added 80% of the weight first. Cooling from the outside to this, the internal temperature was kept at 30 \*\* or less, the sodium hydroxide solution 102.2g was dropped 30% of the weight at it, 75-mol% of neutralization was performed to it, and the partial neutralized substance solution of acrylic acid was prepared to it. 9.2 mg of ethylene glycol diglycidyl ether and the potassium persulfate 0.11g of the polymerization initiator were added as the water 50.3g and an internal cross linking agent, and this was made into the monomer aqueous solution for the 1st step polymerization (a). Subsequently, adding the acrylic acid aqueous solution 119.1g to the Erlenmeyer flask of another 500-ml \*\* 80% of the weight, and cooling like the above. The sodium hydroxide solution 132.2g was dropped 30% of the weight, 75-mol% of neutralization was performed, further, 35.7 mg of ethylene glycol diglycidyl ether was added as the water 27.4g, the potassium persulfate 0.14g, and an internal cross linking agent, and this was made into the monomer aqueous solution for the 2nd step polymerization (b).

[0083]Next, under churning, the whole quantity, in addition after it made it distribute and nitrogen fully replaced the inside of a system, the monomer aqueous solution for the 1st step polymerization (a) was soaked in a 70 \*\* water bath, temperature up was carried out to the above-mentioned 5 mouth cylindrical round bottom flask, and the polymerization reaction was performed. Then, polymerization slurry liquid was cooled at 40 \*\*, and the monomer aqueous solution for the 2nd step polymerization (b) was added. After whole-quantity addition, after nitrogen fully replaced the inside of a system again, temperature up was soaked and carried out to a 70 \*\* water bath, and the 2nd step of polymerization reaction was performed. Only water was picked out from the hydrous gel-like thing out of the system by azeotropic distillation after the 2nd step of end of a polymerization. It held at 80 \*\* after adding 168.8 mg of ethylene glycol diglycidyl ether as a surface crosslinking agent for 2 hours in the dried hydrous gel-like thing, and surface crosslinking was performed. Then, stoving is carried out, there are no fines and 226.5g of hydrophilic resin (A) of pearl-like particles was obtained by sharp particle size distribution.

[0084]The example 2 of manufacture: In the example 1 of manufacture, as an internal cross linking agent of the monomer aqueous solution for the 1st step polymerization, to 18.4 mg of N,N'-methylenebis acrylamide. As an internal cross linking agent of the monomer aqueous solution for the 2nd step polymerization (b), to 23.8 mg of N,N'-methylenebis acrylamide. Except having changed the quantity of ethylene glycol diglycidyl ether into 211.1 mg as a surface crosslinking agent, the same operation as the example 1 of manufacture was performed, and 227.5g of hydrophilic resin (B) was obtained.

[0085]The example 3 of manufacture: in the example 1 of manufacture, instead of HLB being sucrose fatty acid ester (Mitsubishi Chemical, Inc. make S-370) of 3.0 as protective colloid, Except that HLB used polyoxyethylene (5) hydrogenated castor oil (Japan emulsion incorporated company make EMALEXHC-5) of 3.0, the same operation as the example 1 of manufacture was performed, and 226.1g of hydrophilic resin (C) was obtained.

[0086]The example 4 of manufacture: in the example 1 of manufacture, instead of HLB being sucrose fatty acid ester (Mitsubishi Chemical, Inc. make S-370) of 3.0 as protective colloid, HLB used monostearin acid diglyceryl (TAIYO KAGAKU CO., LTD. make SunSoft Q-18B) of 6.5, except not adding a surface crosslinking agent, the same operation as the example 1 of manufacture was performed, and 227.5g of hydrophilic resin (D) was obtained.

[0087]The example 5 of manufacture: In the example 1 of manufacture, except having added 2.1 g of ethyl cellulose distributed to 50 ml of n-heptane as canal processing after surface crosslinking, and also having held for 1 hour, the same operation as the example 1 of manufacture was performed, and 228.0g of hydrophilic resin (E) was obtained.

[0088]The example 6 of manufacture: In the example 4 of manufacture, the ethylene glycol diglycidyl ether 168.8g as a surface crosslinking agent in the dried hydrous gel-like thing after the 2nd step of end of a polymerization After addition, Except having added 2.1 g of ethyl cellulose distributed to 50 ml of n-heptane as canal processing, and also having held for 1 hour, the same operation as the example 4 of manufacture was performed, and 228.2g of

hydrophilic resin (F) was obtained.

[0089] The example 7 of manufacture: except having added 2.1 g of maleic anhydride modified polyethylene (made by Mitsui Chemicals, Inc. HIWAX 1105A) which was replaced with ethyl cellulose and distributed to 50 ml of n-heptane in the example 6 of manufacture, The same operation as the example 6 of manufacture was performed, and 227.9g of hydrophilic resin (G) was obtained.

[0090] The example 8 of manufacture: In the example 6 of manufacture, without adding the ethyl cellulose distributed to 50 ml of n-heptane, after surface crosslinking, stoving was carried out immediately and the hydrophilic resin of pearl-like particles was obtained. By carrying out the granular material blend of the hydrophobic silica (Japan silica industrial incorporated company make nip seal SS-100) of 0.2 weight sections to hydrophilic resin 100 obtained weight section, 229.3g of hydrophilic resin (H) was obtained.

[0091] The example 9 of manufacture: 500 ml of n-heptane was added to the 5 mouth cylindrical round bottom flask of 1000-ml \*\* provided with an agitator, the reflux condenser, the dropping funnel, the thermometer, and the nitrogen gas introducing pipe. HLB added 1.84 g of sorbitan monolaurate (Nippon Oil & Fats Co., Ltd. make LP gas-20R) of 8.7 as a distributed auxiliary agent to this, and temperature up was carried out to 55 \*\*, and it dissolved.

[0092] On the other hand, the Erlenmeyer flask of 500-ml \*\* was prepared and the acrylic acid aqueous solution 92g was added 80% of the weight first. Cooling from the outside to this, the internal temperature was kept at 30 \*\* or less, the sodium hydroxide solution 102.2g was dropped 30% of the weight at it, 75-mol% of neutralization was performed to it, and the partial neutralized substance solution of acrylic acid was prepared to it. The water 50.3g and the potassium persulfate 0.11g of the polymerization initiator were added, and this was made into the monomer aqueous solution for a polymerization.

[0093] Next, under churning, the whole quantity, in addition after it made it distribute and nitrogen fully replaced the inside of a system, the above-mentioned monomer aqueous solution was soaked in a 70 \*\* water bath, temperature up was carried out to the 5 mouth cylindrical round bottom flask, and the polymerization reaction was performed. Only water was picked out from the hydrous gel-like thing out of the system by azeotropic distillation after the end of a polymerization. Then, stoving was carried out and 98.4g of granular hydrophilic resin (I)s were obtained.

[0094] The example 10 of manufacture: In the example 1 of manufacture, the quantity of the internal cross linking agent added in the acrylic acid partial neutralization solution used for the 1st step and the 2nd step of polymerization was changed into 46 mg and 59.5 mg, respectively, and the same operation as the example 1 of manufacture was performed except not having added a surface crosslinking agent after drying. There are no fines and 226.1g of hydrophilic resin (J) of pearl-like particles was obtained by sharp particle size distribution.

[0095] [Working example 1-7 and the comparative examples 1-3] About hydrophilic resin A-J obtained in the examples 1-10 of manufacture, while measuring a saturation coefficient of water absorption, weight mean particle diameter, and absorption swelling pressure power by the measuring method of point \*\*, the rate of absorption of the absorber created using the hydrophilic resin A-J, the amount of reversion, and diffusion length were measured. The result is shown in Table 1 (the rate of resin is 50 % of the weight), and Table 2 (the rate of resin is 60 % of the weight).

[0096]

[Table 1]

#### 樹脂の割合50重量%

	使用樹脂	飽和吸水量 [g/g]	重量平均 粒子径 [μm]	吸収膨潤圧力[Pa]		吸収速度[秒]				逆戻り量 [g]	拡散長 [cm]
				10秒値	300秒値	1回目	2回目	3回目	合計		
実施例1	(A)	60	374	1960	101010	22	23	28	73	13.4	17
実施例2	(B)	53	396	2940	96110	23	17	30	70	18.6	19
実施例3	(C)	58	359	1960	91200	24	20	29	73	19.8	18
実施例4	(E)	59	388	1300	94500	22	19	27	68	10.9	20
実施例5	(F)	60	380	2460	98450	23	21	31	75	14.7	18
実施例6	(G)	59	377	2730	95520	22	19	33	74	16.5	18
実施例7	(H)	61	370	1780	95800	23	20	27	70	13.5	19
比較例1	(D)	62	370	24130	74340	26	49	78	153	33.3	15
比較例2	(I)	60	171	60800	68070	36	65	95	196	38.0	13
比較例3	(J)	55	385	980	67670	31	20	27	78	30.1	20

[0097]

[Table 2]

樹脂の割合 60重量%

	使用樹脂	吸収速度[秒]				逆戻り量 [g]	拡散長 [cm]
		1回目	2回目	3回目	合計		
実施例 1	(A)	22	25	27	74	13.8	17
実施例 2	(B)	23	19	31	73	18.9	18
実施例 3	(C)	24	21	28	73	19.9	17
実施例 4	(E)	22	20	29	71	11.5	19
実施例 5	(F)	24	22	31	77	16.1	17
実施例 6	(G)	23	20	33	76	17.2	17
実施例 7	(H)	23	20	29	72	14.4	18
比較例 1	(D)	26	62	85	173	40.1	14
比較例 2	(I)	36	70	95	201	45.2	11
比較例 3	(J)	31	22	29	82	39.5	18

[0098]The absorption swelling pressure power 10 seconds after a water absorption start is small so that clearly from Table 1 and Table 2, The absorber (absorbent article) using the hydrophilic resin manufactured by the big examples 1, 2, 3, 5, 6, 7, and 8 of manufacture of the absorption swelling pressure power 300 seconds after a water absorption start, Although diffusion length was greatly maintained even if the rate of the hydrophilic resin of an absorber was comparatively alike and was when big (50 % of the weight, 60 % of the weight), it was checked that the amount of reversion is made small.

[0099]

[Effect of the Invention]As mentioned above, the absorber of this invention has not only demonstrating the diffusibility which was excellent even if the rate of the hydrophilic resin in an absorber was large but few amounts of reversion. Therefore, in the absorbent article of this invention, leakage can be prevented in actual condition of use, and the performance (water absorption characteristic) which was excellent in the ability to give a dry feeling can be demonstrated.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-88553

(P2003-88553A)

(43) 公開日 平成15年3月25日 (2003.3.25)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>		識別記号	F I	デーマコード*(参考)
A 6 1 F	13/49	C 0 8 J	3/24	Z 3 B 0 2 9
	13/15		5/04	C E P 4 C 0 0 3
	13/53	A 6 1 F	5/44	H 4 C 0 9 8
C 0 8 J	3/24	C 0 8 L	101:00	4 F 0 7 0
	5/04	C E P	A 4 1 B 13/02	D 4 F 0 7 2
			審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 10 頁)	最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-284741(P2001-284741)

(71) 出願人 000195661

住友精化株式会社

兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1

(22) 出願日 平成13年9月19日 (2001.9.19)

(72) 発明者 谷口 貴保

兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精化株式会社機能樹脂研究所内

(72) 発明者 繩田 康博

兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精化株式会社機能樹脂研究所内

(74) 代理人 100086380

弁理士 吉田 稔 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸収体およびそれを用いた吸収性物品

(57) 【要約】

【課題】 液体の拡散性に優れ、かつ逆戻り量の少ない吸収体およびそれを用いた吸収性物品を提供する。

【解決手段】 本発明の吸収体は、生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)を試験液とする吸収膨潤圧力の測定における吸水開始から10秒後の吸収膨潤圧力を10000Pa以下であり、吸水開始から300秒後の吸収膨潤圧力を80000Pa以上の吸水性樹脂と親水性繊維とを含むものとした。吸水性樹脂は、表面架橋を施し、これに加えて、疎水処理を施しておくのが好ましい。この吸収体は、全体重量の30重量%以上100重量%未満の吸水性樹脂を含有している。この吸収体は、液体透過シートと液体不透過シートとの間に保持されて吸収性物品を構成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)を試験液とする吸収膨潤圧力の測定における吸水開始から10秒後の吸収膨潤圧力が10000Pa以下であり、吸水開始から300秒後の吸収膨潤圧力が80000Pa以上である吸水性樹脂と親水性繊維とを含む吸収体。

【請求項2】 上記吸水性樹脂の10秒後の吸収膨潤圧力が3000Pa以下であり、300秒後の吸収膨潤圧力が90000Pa以上である、請求項1に記載の吸収体。

【請求項3】 上記吸水性樹脂の生理食塩水に対する飽和吸水量が40g/g以上である、請求項1または2に記載の吸収体。

【請求項4】 上記吸水性樹脂の重量平均粒子径が200~600μmである、請求項1ないし3のいずれか1つに記載の吸収体。

【請求項5】 上記吸水性樹脂が表面架橋されたものである、請求項1ないし4のいずれか1つに記載の吸収体。

【請求項6】 上記吸水性樹脂が疎水処理されたものである、請求項5に記載の吸収体。

【請求項7】 上記吸水性樹脂の割合が、上記吸収体の全体重量の30重量%以上100重量%未満である、請求項1ないし6のいずれかに記載の吸収体。

【請求項8】 液体透過シートと液体不透過シートとの間に、請求項1ないし7のいずれかに記載した吸収体を保持したことの特徴とする、吸収性物品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、紙おむつ、失禁パッド、生理用ナプキンなどの衛生材料に好適に用いられる吸収体およびそれを用いた吸収性物品に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】紙おむつや生理用ナプキンおよび失禁者用パッドなどの吸収性物品は、一般的に液体透過性シート、液体不透過性シート、さらに、それらのシートの間に保持された吸収体から構成されている。

【0003】吸収体は、体から排泄される尿や経血などの水性液体を吸収・保持する役割を有し、親水性繊維と吸水性樹脂により構成されている。

【0004】ところで、親水性繊維と吸水性樹脂は、吸収性物品の吸収体においてそれぞれ異なった働きをする役割を有している。

【0005】まず、親水性繊維は単位量あたりの吸水量が低く圧力がかかると吸収した水を放出しやすいが、非常に吸水速度が速く液拡散性は良いといった特徴を有している。そのため、親水性繊維は吸水性樹脂が液体を吸収するまでの液体の保持および液体を拡散させる役割を

有している。さらに、親水性繊維により、膨潤した吸水性樹脂が変形して粒子間の隙間を塞ぎ、粒子間の隙間を通る液体の流れを妨げるゲルブロッキングを防ぐことができる。

【0006】一方、吸水性樹脂は単位量あたりの吸水量が高く、ある程度圧力がかかっても容易に水を放さない特徴を有している。そのため、吸水性樹脂は親水性繊維が保持し拡散させた液体を吸収・保持する役割を有している。

【0007】したがって、吸収体では、親水性繊維と吸水性樹脂の比率がその性能に大きく影響を及ぼす要因となっている。つまり、親水性繊維の割合が大きいとその吸収体は、液体の拡散性は良くなるが、圧力をかけたときの液体の逆戻り量が多くなる。また、吸水性樹脂の割合が大きくなると、膨潤した吸水性樹脂が水性液体の拡散するための通り道をふさぐ、いわゆるゲルブロッキングが生じる。その結果、水性液体の拡散性が悪くなっている吸収体における小さな領域でのみ水性液体が吸収され、本来の吸収体の性能が発揮できず、液体の逆戻り量が多くなる。

【0008】一方、近年、紙おむつや生理用ナプキンなどの吸収性物品は薄型化が進んでおり、吸収体においては、吸水量を低下させないために、嵩高く吸水量が低い親水性繊維の含有量を少なくし、吸水量が多い吸水性樹脂の割合を多くする傾向にある。

## 【0009】

【発明が解決しようとする問題点】しかしながら、吸収性物品の薄型化のため、吸収体中の吸水性樹脂の割合を大きくすると、上述の理由により吸収体中の吸水性樹脂を有効に活用することができない。そのため、吸収体が吸収できる水性液体の総量が小さくなり、水性液体を吸収しきれず、逆戻り量が増えたり、吸収体からの漏れが生じる等の問題がある。

【0010】したがって、本発明は、液体の拡散性に優れ、かつ逆戻り量の少ない吸収体およびそれを用いた吸収性物品を提供することをその課題としている。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、吸水初期の吸収膨潤圧力が低く、その後の吸収膨潤圧力が高くなる吸水性樹脂を吸収体に使用することにより、吸水性樹脂の割合を大きくしても、液体の拡散性に優れ、液体の逆戻り量が少ない吸収体が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0012】すなわち、本発明では、生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)を試験液とする吸収膨潤圧力の測定における吸水開始から10秒後の吸収膨潤圧力が10000Pa以下であり、吸水開始から300秒後の吸収膨潤圧力が80000Pa以上である、吸水性樹脂と親水性繊維とを含む吸収体が提供される。

【0013】本発明の吸収体は、一般的に紙おむつや失禁者用パッドなどの吸収性物品に使用される。吸収性物品の吸収体に水性液体が浸透し拡散する際、拡散方法としては、親水性繊維の毛細管現象による拡散と、粒子やゲルの隙間を通過することによる拡散との2通りの方法がある。複数回の吸水の場合、水性液体が吸収体に初めて浸透する場合、親水性繊維は乾燥している状態なので、1回目の拡散は親水性繊維の毛細管現象での拡散が支配的である。そのため、吸水性樹脂は親水性繊維に外的圧力をかけて拡散を阻害しないもの、すなわち初期の吸収膨潤圧力が低く抑えられている吸水性樹脂が好ましい。すなわち、吸水性樹脂が膨潤すると、吸収膨潤圧力が発生し、ゲルブロッキングが生じる。したがって、吸収膨潤圧力を低く抑えることによって、ゲルブロッキングの発生を防ぐことができる。

【0014】一方、2回目以降の吸水では、親水性繊維が水を含んでいるため、毛細管現象での拡散はあまり期待できないため、2回目以降の吸水では水性液体の拡散はゲルの隙間を通過することによる拡散が支配的となる。そのため、吸収後期の吸収膨潤圧力が高く、膨潤ゲル間の隙間を十分確保できる吸水性樹脂が好ましい。

【0015】以上のことより、生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)を試験液とする吸収膨潤圧力の測定において、生理食塩水の吸水開始から10秒後の吸収膨潤圧力が10000Pa以下であり、300秒後の吸収膨潤圧力が80000Pa以上である吸水性樹脂を吸収性物品の吸収体に使用すると、水性液体を複数回吸収した場合においても、優れた吸水性を維持することができる。

【0016】また、本発明に用いられる吸水性樹脂は、吸収後期である生理食塩水の吸水開始から300秒後の吸収膨潤圧力が80000Pa以上の物性値を有する吸水性樹脂であるため、圧力がかかった状態でも膨潤した吸水性樹脂が吸収した液体を放出することを防ぐことができ、液体の逆戻り量を低く押さえることを可能にする。

【0017】その結果、本発明の吸収体においては、吸水性樹脂の割合を大きくしてもゲルブロッキングが生じにくいので吸水性樹脂を有效地に利用でき、逆戻り量を低減できるため、従来の問題を回避しつつも吸収性物品の薄型化を達成することができるようになる。

【0018】逆戻り量をより小さくして、上述した効果をより享受するためには、吸水開始10秒後の吸収膨潤圧力を30000Pa以下とし、300秒後の吸収膨潤圧力を90000Pa以上とするのが好ましく、また吸水性樹脂の生理食塩水に対する飽和吸水量を40g/g以上とするのが好ましい。

【0019】ここで、吸収膨潤圧力とは、吸水性樹脂が液体を吸水して膨潤するときに、外部に与える圧力をさし、本発明でいう吸収膨潤圧力は、後述する測定法によ

って測定されたものをさすものとする。

【0020】本発明に用いられる吸水性樹脂の重量平均粒子径は、200~600μmとするのが好ましい。

【0021】本発明に用いられる吸水性樹脂は、表面架橋処理を施しておくのが好ましく、また表面架橋処理に加えて、疎水処理を施してもよい。

【0022】ここで、表面架橋とは、吸水性樹脂の表層を架橋し、内層に比べて表層の架橋度を大きくすることをいう。このため、表面架橋が施された吸水性樹脂は、表面架橋を施していないものに比べて表層の強度が強く、吸水性樹脂内に液体を取り込んだ場合においてもゲルブロッキングが生じにくくなっている。吸水時ににおける拡散性を良好なものとすることができる。そのため、表面架橋を施せば、吸水開始初期の段階では、表面架橋によって吸収膨潤圧力を低く抑えられているため、液体の拡散を支配的にできるとともに、吸水開始から一定時間(たとえば30分)経過後である吸水後期では、吸収膨潤圧力や飽和吸水量を大きく確保できるようになり、加圧時の逆戻り量を小さくできる。

【0023】また、初期の吸水性樹脂の膨潤を低く抑えるのに、疎水化処理が有効である。

【0024】本発明の吸収体においては、吸水性樹脂の割合が吸収体の全重量の30重量%以上100重量%未満の範囲とするのが好ましい。一方、本発明の吸収性物品は、液体透過シートと液体不透過シートとの間に、上述した吸収体を保持させたことを特徴としている。

【0025】このような吸収性物品(吸収体)では、上述した特性を有する吸水性樹脂を使用しているから、逆戻り量を抑制しつつ、吸収性物品(吸収体)の薄型化を達成することができるようになる。

【0026】

【発明の実施の形態】以下に本発明の吸収体およびそれを用いた吸収性物品について詳細に説明する。なお、本発明の吸収性物品としては、紙おむつ、失禁パッド、生理用ナプキンなどが挙げられるが、これらのものには限定されない。

【0027】吸収性物品は、一般的に液体透過性シート(トップシート)、液体不透過性シート(バックシート)、さらに、それらのシートの間に保持された吸収体から構成される。液体透過性シートは、身体と接触する側に配されており、液体不透過性シートは、身体と接触しない側に配される。

【0028】液体透過性シートとしては、たとえばポリエチレンやポリプロピレン、ポリエステル等の多孔質のシートあるいは不織布などが挙げられるが、これらに限定される物ではない。

【0029】液体不透過性シートとしては、たとえばポリエチレンやポリプロピレン等のポリオレフィン系フィルムなどが挙げられるが、これらに限定される物ではない。

【0030】本発明の吸収体は、親水性纖維と吸水性樹脂とを有して構成されている。吸収体の構造としては、たとえば吸水性樹脂と親水性纖維を均一にブレンドしたミキシング構造、層状の親水性纖維の間に吸水性樹脂を保持したサンドイッチ構造、また、吸水性樹脂と親水性纖維とをティッシュでくるんだ構造などが挙げられるが、これらの中には限定されない。吸収体における吸水性樹脂の割合は、吸収性物品の薄型化を達成すべく、たとえば吸収体の全体重量に対して30重量%以上、好ましくは40重量%以上、更に好ましくは50重量%以上、最も好ましくは60重量%以上100重量%未満とされる。なお、本発明の吸収体においては、補助材料として少量の合成纖維を含んでいても良い。

【0031】親水性纖維としては、特に制限はないが、たとえば針葉樹、広葉樹等の木材から得られるパルプ、麻等から得られる非木材パルプ等のセルロース纖維、あるいはレーヨン、アセテート等の人工セルロース纖維などが挙げられる。また、合纖繊維としてはポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン纖維、アクリル纖維、ナイロン等が挙げられる。

【0032】本発明に用いられる吸水性樹脂は、生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)を試験液として吸収膨潤圧力を測定した場合に、吸水開始から10秒後の吸収膨潤圧力が10000Pa以下、好ましくは3000Pa以下、より好ましくは100~3000Pa、さらに好ましくは500~3000Pa、最も好ましくは1000~3000Paであり、吸水開始から30秒後の吸収膨潤圧力が80000Pa以上、好ましくは90000Pa以上、より好ましくは90000~200000Pa、さらに好ましくは90000~180000Pa、最も好ましくは90000~16000Paであるものが使用される。

【0033】本発明に用いられる吸水性樹脂の重量平均粒子径は、吸収体作製時の取り扱い性、吸収性物品の使用感などを考慮して、たとえば200~600μm、好ましくは300~500μmの範囲とされる。重量平均粒子径が200μm未満の場合、微粉が多くなり粉立ちなどにより粉体の取り扱い性が悪化するばかりかゲルブロッキングを生じやすくなるため本発明の目的を達成するのが困難となり、重量平均粒子径が600μmを超える場合、大きい粒子が多くなり吸収性物品に採用したときの使用感が悪くなるからである。

【0034】本発明に用いられる吸水性樹脂の生理食塩水に対する飽和吸水量は40g/g以上、好ましくは40~100g/g、より好ましくは40~90g/g、さらに好ましくは40~80g/gである。飽和吸水量が40g/g未満の場合、吸収体の吸水量が低くなるおそれがある。

【0035】本発明で用いることのできる吸水性樹脂としては、アクリル酸塩共重合体の架橋物、無水マレイン酸グラフトポリビニルアルコール架橋物、架橋イソブチレン-無水マレイン酸共重合体、カルボキシメチルセルロースのアルカリ塩架橋物、ポリアクリル酸部分中和物架橋体などを挙げることができる。好ましくは、アクリル酸塩共重合体架橋物が使用される。

【0036】このように吸水性樹脂は、一般に不飽和カルボン酸等の単量体を重合させることにより得られる。不飽和カルボン酸としては、たとえばアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸、β-ヒドロキシアクリル酸、β-アクリルオキシプロピオン酸およびこれらの塩が挙げられる。

【0037】本発明で用いられる吸水性樹脂は、不飽和カルボン酸に、他の単量体を共重合させたものであってもよい。共重合成分としては、たとえば(メタ)アクリルアミド、N-置換(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレンリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレンリコール(メタ)アクリレートなどのノニオン性親水性基含有単量体; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミドなどのアミノ基含有不飽和単量体やそれらの4級化物などを挙げることができるが、共重合成分については特に限定されない。なお、本明細書において、(メタ)アクリルとは、メタクリルとアクリルを表わすものとする。

【0038】本発明で用いられる吸水性樹脂の中和度は、吸水性樹脂中の酸基のモル数に基づいて、20~100モル%の範囲とするのが好ましく、より好ましくは30~90モル%とされる。吸水性樹脂の中和は、単量体で行っても良いし、重合中および重合後に行っても良い。

【0039】吸水性樹脂を中和する塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩などが挙げられるが、特に好ましくはナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属塩が使用される。

【0040】本発明における吸水性樹脂の重合方法としては、特に限定されないが、水溶液重合法、逆相懸濁重合法、バルク重合法、沈殿重合法などが挙げられる。この中で、吸収性能面や重合制御の容易さから好ましいのは、水溶液重合法や逆相懸濁重合法である。重合時の単量体水溶液濃度は、10重量%~飽和濃度が好ましく、さらに好ましくは25重量%~飽和濃度とされる。

【0041】以下、上記単量体を重合または共重合させる方法として、逆相懸濁重合法を例にとって説明するが、重合方法はこれに限定される物ではない。

【0042】逆相懸濁重合法では、界面活性剤および高

分子保護コロイドのうちの少なくとも一方の存在下で、有機溶媒中に単量体水溶液を分散させた状態で、たとえば重合開始剤を用いることにより重合が行われる。

【0043】逆相懸濁重合法において、単量体水溶液を分散させる有機溶媒としては、n-ペンタン、n-ヘキサン、n-ヘプタン、リグロインなどの脂肪族炭化水素溶媒；シクロペンタン、メチルシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサンなどの脂環族炭化水素溶媒；ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素溶媒が好ましく用いられる。なかでもn-ヘプタン、シクロヘキサンが好ましく用いられる。

【0044】界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビトール脂肪酸エステルおよびポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルなどの非イオン性界面活性剤が挙げられる。このような非イオン性界面活性剤は、2種以上が混合して用いられてもよく、また単量体水溶液を逆相懸濁重合できるものであればその種類は特に限定されない。

【0045】一方、高分子保護コロイドとしては、たとえばエチセルロース、エチルヒドロキシエチセルロース、無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリブタジエン、無水マレイン酸変性EPDM（エチレン・プロピレン・ジエン・ターポリマー）などが用いられる。

【0046】上述の非イオン性界面活性剤および高分子保護コロイドは、脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルメチルタウリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルスルホン酸塩などのアニオン性界面活性剤と併用することもできる。

【0047】界面活性剤または高分子保護コロイドの使用量は、たとえば単量体水溶液に対して0.1～5重量%、好ましくは0.2～3重量%とされる。使用量が0.1重量%未満の場合は、分散が不十分となる。逆に、5重量%を超えて、それに見合う効果が得られない。

【0048】重合を開始させる際には、重合開始剤を用いることができる。重合開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウムなどの、一般的に使用される水溶性ラジカル重合開始剤を用いるのが好ましい。このような水溶性ラジカル重合開始剤は、亜硫酸塩などと併用してレドックス系重合開始剤として用いることができる。

【0049】重合開始剤の使用量は、上記単量体の合計量に対して0.005～1.0モル%である。使用量が0.005モル%よりも少ない場合は重合反応に長時間を要することになり、1.0モル%を超える場合は重合が急激に起こるため、重合制御が困難となるからである。

【0050】重合反応を行う際の重合温度は、使用する重合開始剤により異なるが、通常、20～110℃、好ましくは40～80℃である。重合温度が20℃よりも低い場合は、重合速度が低下して重合時間が長くなるので経済的ではない。逆に、110℃より高い場合は、重合熱を除去するのが困難になり、円滑な重合反応を行うのが困難になる。

【0051】本発明に用いられる吸水性樹脂は、複数の重合性不飽和基や、複数の反応性基を有する架橋剤と反応または共重合させることにより、その内部が架橋されていることが好ましい。また、吸水性樹脂は、架橋剤を必要としない自己架橋型であってもよい。上記の架橋剤としては、エチレンギリコール、プロピレンギリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリオキシエチレンギリコール、ポリオキシプロピレンギリコール、ポリグリセリンなどのポリオール類のジまたはトリ（メタ）アクリルエステル類；前記ポリオール類とマレイン酸、フマル酸などの不飽和酸類とを反応させて得られる不飽和ポリエステル類；N,N'-メチレンビス（メタ）アクリルアミドなどのビスマスアクリルアミド類；ポリエポキシドと（メタ）アクリル酸とを反応させて得られるジトリ（メタ）アクリル酸エステル類；トリメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートなどのポリイソシアネートと（メタ）アクリル酸ヒドロキシエチルとを反応させて得られるジ（メタ）アクリル酸カルバミンエステル類；アリル化デンプン、アリル化セルロース、ジアリルフタレート、N,N',N''-トリアリルイソシアヌレート、ジビニルベンゼンなどが挙げられる。

【0052】一方、不飽和カルボン酸またはその重合体中のカルボキシル基との反応を利用した架橋剤としては、たとえばジグリシジルエーテル化合物、イソシアネート化合物などであり、これらの中では特にジグリシジルエーテル化合物が適している。ジグリシジルエーテル化合物の具体例としては、（ポリ）エチレンギリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）プロピレンギリコールジグリシジルエーテル、（ポリ）グリセリンジグリシジルエーテルなどがあり、中でもポリエチレンギリコールジグリシジルエーテルが最も好適な結果を与える。

【0053】なお、架橋剤は、重合性不飽和基と反応性官能基とをそれぞれ2個以上同時に有していても良い。

【0054】吸水性樹脂の内部を架橋する架橋剤の使用量は、上記単量体の合計量に対して、0.001～3重量%、好ましくは0.003～1重量%、さらに好ましくは0.005～0.5重量%である。架橋剤の使用量が0.001重量%未満の場合は得られる樹脂が水溶性となるおそれがある。3重量%を超える場合、得られる吸水性樹脂の吸水量が低下するおそれがある。

【0055】さらに、本発明の目的を達成するための物性を有する吸水性樹脂を得るために、単量体の重合終

了後に架橋剤を添加して、吸水性樹脂の表面を架橋することが好ましい。表面架橋を施すことにより、吸水初期における吸水性樹脂の膨潤を抑制することができるため、初期の吸収膨潤圧力を抑制することができる。また、吸水性樹脂の膨潤ゲルにおいて、表面架橋によって膨潤ゲルの表面強度を高くすることにより、樹脂の外圧による変形を防ぐことができる、つまり、吸水性樹脂の膨潤によって外部に与える圧力を高く保つことができる。

【0056】表面架橋剤としては、吸水性樹脂中のカルボキシル基と反応し得るもののが用いられる。たとえば、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ)グリセロールポリグリシジルエーテル、(ポリ)プロピレングリコールジグリシジルエーテル、グリシドールなどのエポキシ化合物；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、 $\alpha$ -メチルエピクロロヒドリンなどのハロゲン化エポキシ化合物；(ポリ)エチレングリコール、(ポリ)プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、(ポリ)グリセリン、ジオール類、ペンタンジオール類、ヘキサンジオール類、シクロヘキサンジオール類、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、ペンタエリスリトール、ソルビトールなどの多価アルコール化合物；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミン、ポリアミドポリアミンなどの多価アミン化合物；2,4-トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートなどの多価イソシアネート化合物；1,2-エチレンビスオキサゾリンなどの多価オキサゾリン化合物； $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシランなどのシランカッティング剤；アルミニウム、マグネシウム、チタンなどの水酸化物及び塩化物などの多価金属化合物などが挙げられるが、特に限定されるものではない。

【0057】例示した表面架橋剤のうち、エポキシ化合物、多価アルコール化合物がより好ましく用いられる。これら表面架橋剤は、単独で用いてもよく、2種類以上を併用してもよい。

【0058】表面架橋剤の使用量は、上記单量体の合計量に対して、0.01~5重量%、好ましくは0.02~4重量%、さらに好ましくは0.03~3重量%である。架橋剤の使用量がこの範囲より少なくなると吸水性樹脂の吸水時のゲル強度が低下し目的を達し得ないおそれがある。一方、この範囲より多いと吸水量が極度に低下するおそれがあり好ましくない。

【0059】表面架橋剤の添加時期については、单量体の重合終了後であれば特に限定されないが、水の存在下で添加することが好ましい。水の量については、吸水性樹脂固形分100重量部に対して、1~300重量部、

好ましくは5~200重量部であることが望ましい。

【0060】表面架橋剤の添加方法は、たとえば重合終了直後の含水ポリマーから一定量の水を留去した後に添加する方法、あるいは粉体の吸水性樹脂に少量の水に分散させた表面架橋剤を噴霧するなどして均一に添加する方法が挙げられるが、特に限定されるものではない。

【0061】本発明に用いられる吸水性樹脂には、必要に応じて疎水処理を施しておくのが好ましい。

【0062】疎水処理は、たとえば疎水性材料を各種溶剤に溶解した溶液を粉体の吸水性樹脂に噴霧・乾燥してコーティングする方法、吸水性樹脂の製造の際に、疎水性材料の存在下で重合、乾燥してコーティングする方法、吸水性樹脂の重合後のスラリーに疎水性材料を添加する方法等により行うことができる。本発明においては、疎水処理の方法は、これらに限定されるものではない。

【0063】疎水性材料としては、実質的に水に不溶な材料、例えば、n-ドデカン、n-ヘキサデカン、n-ヘプタデカン等の高級脂肪族炭化水素、ドデカン-1-オール、ヘキサデカン-1-オール等の高級脂肪族アルコール、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビトール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等の高級脂肪酸エステル類等の高級脂肪族化合物；ラウリン酸アミド、オレイン酸アミド、エルカ酸アミド等の高級脂肪酸アミド；ポリエチレン、ポリブロピレン、エチレン/酢酸ビニル共重合体、酸化変性型ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリエチレン、無水マレイン酸変性ポリブタジエン、無水マレイン酸変性EPDM(エチレン・プロピレン・ジエン・ターポリマー)等のポリオレフィン類；ナイロン等のポリアミド類；ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル類；セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースプロピレート、エチルセルロース、ベンジルセルロース、エチルヒドロキシセルロース等のセルロース類誘導体；疎水性シリカ等の疎水処理された無機粉末等が挙げられる。これらのものは、単独で用いても良く、2種類以上を併用して用いることもできる。なかでも、脂肪酸エステル類が好ましく、とりわけHLBが5以下、好ましくはHLBが4以下、さらに好ましくはHLBが3以下の脂肪酸エステル類が好ましい。

【0064】疎水性材料の添加量は、吸水性樹脂100重量部に対して、0.001~20重量部が好ましい。

【0065】上記の重合方法で得られた吸水性樹脂の形状は、单一球状、凝集した球状、不定形の粉末状、不定形の顆粒状、凝集した不定形粉末状など種々のものが本発明に好ましく使用できる。

【0066】かくして得られた吸水性樹脂に、その他の機能付与を目的として、滑剤、酸化剤、還元剤、消臭剤、抗菌剤などの添加剤を添加してもよい。

【0067】

【実施例】以下、本発明を実施例、比較例により説明するが、それに先んじて各実施例および各比較例での測定項目についてその測定方法を、次いで、各実施例および各比較例で使用される吸水性樹脂の製造例を説明する。

【0068】飽和吸水量：吸水性樹脂2.0gを、500ml容のビーカー中に生理食塩水500gに分散し、1時間穏やかに攪拌して膨潤させた。次に、あらかじめ重量Wa(g)を測定したJIS-Z8801-1982対応の目開き75μm標準篩を用いて生理食塩水をろ過した。標準篩を、水平に対して成す角が約30度となるように傾けた状態で30分間放置し、余剰の生理食塩水を除いた後に膨潤ゲルを含んだ篩重量Wb(g)を測定し、この重量Wb(g)から標準篩の重量Wa(g)を引いたものを、吸水性樹脂の重量(2.0g)で除することにより飽和吸水量を算出した。

【0069】重量平均粒子径：吸水性樹脂100gを、JIS-Z8801-1982対応の8つの標準篩(目開き850μm、500μm、355μm、300μm、250μm、180μm、106μm、受け皿)の一番目開きの大きい篩に入れ、ロータップ式篩振動器を用いて10分間振動させた。各篩上に残った吸水性樹脂の重量を測定し、その結果に基づいて、積算重量が全重量の50重量%になる重量平均粒子径を次式により算出した。

【0070】

【数1】

$$\text{重量平均粒子径} = \left( \frac{50-A}{D-A} \right) \times (C-B) + B$$

【0071】式中、Aは、粒度分布の粗い方から順次重量を積算し、積算重量が50重量%未満であり、かつ50重量%に最も近い点の積算値を求めた場合の当該積算値(g)であり、また、Bは、当該積算値を求めた時の節目開き(μm)である。また、Dは、粒度分布の粗い方から順次重量を積算し、積算重量が50重量%以上であり、かつ50重量%に最も近い点の積算値を求めた場合の当該積算値(g)であり、また、Cは、当該積算値を求めた時の節目開き(μm)である。

【0072】吸収膨潤圧力：吸収膨潤圧力の測定には、協和精工株式会社製 精密型レオロボット(型式KA300PV)を使用した。まず、直径10cmのSUS製シャーレの中央部に、直径4cmのガラスフィルタN.O.1(孔径100~120μm)を乗せ、その上に底面部にナイロンメッシュシート(孔径75μm)を貼り付けたアクリル製円柱(高さ:5cm、内径2cm)を中心部がガラスフィルタの中心部に一致するように乗せた。そして、そのガラスフィルタ、アクリル製円柱を載置したSUS製シャーレを本体のクロステーブル上に乗せた。

【0073】次に、ロードセルの下部に先述の円筒内にちょうど入る円柱型の軸(直径約1.97cm)を取り

付け、上部制御駆動ボックスを調節して、ロードセルの下部に取り付けた円柱軸をアクリル製円柱に挿入した。そして、その状態で、上部制御駆動ボックスを調節し、円柱軸の底面がメッシュシートと密着する点をゼロ点に補正した。さらに、その状態から円柱軸を0.4mm上げた時の高さを、膨潤圧を測定するまでの基準点とした。

【0074】その後、上部制御駆動ボックスを上げて先述のアクリル製円柱を取り出した。そして、あらかじめ180~355μmに粒度調整された吸水性樹脂0.02gをアクリル製円柱の中に均一に散布した。そして、再びアクリル製円柱を中心部がガラスフィルタの中心部に一致するように乗せた。

【0075】そして、ロードセル下部に取り付けた円柱型の軸を、先ほど設定した基準点(ゼロ点より0.4mm高い点)まで移動させた後、生理食塩水(0.9重量%食塩水)50mlをガラスフィルタに直接かからないようにSUS製シャーレに注ぎ入れ、吸水性樹脂の吸水開始からの吸収膨潤圧力の経時変化を測定した。測定は2回を行い、その平均値を吸収膨潤圧力(Pa)とした。

【0076】吸収速度、逆戻り量および拡散長の測定：吸収速度、逆戻り量および拡散長の測定に先立って、大きさが40cm×12cm、重さが2.2g、吸水性樹脂の割合が50重量%及び60重量%の吸収体を作成した。この吸収体は、吸水性樹脂の割合が50重量%の場合は解碎された木材パルプ10gと吸水性樹脂10gとを、吸水性樹脂の割合が60重量%の場合は粉碎パルプ8gと吸水性樹脂12gとを、ミキサーを用いて乾式混合したものをティッシュの間に保持した後、シート面全体に196000Paの荷重を加えて30秒間プレスし、上部に液体透過シートを、下部に液体不透過シートを配置することにより作成した。

【0077】吸収速度の測定は、それぞれの吸収体の中心付近に、直径3cmのシリンダーを用いて、50mlの人工尿を注ぎ込むと同時にストップウォッチをスタートさせ、人工尿が完全に吸収体に浸透するまでの時間を測定することにより行った。なお、人工尿は、10L容器に塩化ナトリウム60g、塩化カルシウム2水和物1.8g、塩化マグネシウム6水和物3.6gを入れ、蒸留水で6000gに調製し、青色1号で着色したものを使用した。

【0078】30分後同じ位置から再び同様の方法で50mlの人工尿を注ぎ込むことにより2回目の吸収速度を測定し、さらに30分後にも同様の操作を繰り返して3回目の吸収速度を測定した。

【0079】逆戻り量は、3回目の人工尿注入から60分後、10cm×10cmに折った涙紙を重ねて約80g分とし、あらかじめ重量Wc(g)を測定した後それを吸収体中央に置き、その上から5kgのおもり(底面積=10cm×10cm)を乗せて5分間加重した後に

おもりをはずし、逆戻り液を吸収した沪紙の重量Wd (g) を測定した。この重量Wd (g) から乾燥沪紙の重量Wc (g) を差し引くことにより算出した。

【0080】拡散長は、逆戻り量の測定後に、人工尿が浸透したそれぞれの吸収体の長手方向の拡がり寸法 (cm) を測定することにより算出した。

【0081】製造例1：攪拌機、還流冷却器、滴下ロート、温度計および窒素ガス導入管を備えた1000ml容の五つ口円筒型丸底フラスコにn-ヘプタン500mlを加えた。これに保護コロイドとしてHLBが3.0のショ糖脂肪酸エステル（三菱化学株式会社製 S-370）を0.92g添加して分散させ、55℃に昇温して溶解した。

【0082】一方、500ml容の三角フラスコを用意し、まず、80重量%アクリル酸水溶液92gを加えた。これに、外部から冷却しつつ、内温を30℃以下に保って30重量%水酸化ナトリウム水溶液102.2gを滴下して、75モル%の中和を行い、アクリル酸の部分中和物水溶液を調製した。更に、水50.3g、内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル9.2mg、重合開始剤の過硫酸カリウム0.11gを添加し、これを1段目重合用の单量体水溶液(a)とした。次いで、別の500ml容の三角フラスコに80重量%アクリル酸水溶液119.1gを加え、上記のごとく冷却しつつ、30重量%水酸化ナトリウム水溶液132.2gを滴下して、75モル%の中和を行い、更に、水27.4g、過硫酸カリウム0.14g、内部架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル35.7mgを添加し、これを2段目重合用の单量体水溶液(b)とした。

【0083】次に、1段目重合用の单量体水溶液(a)を、上記の五つ口円筒型丸底フラスコに、攪拌下で全量加えて分散させ、系内を窒素で十分に置換した後に70℃の湯浴に浸けて昇温し、重合反応を行った。その後、重合スラリー液を40℃に冷却し、2段目重合用の单量体水溶液(b)を添加した。全量添加後、再び系内を窒素で十分に置換した後に70℃の湯浴に浸けて昇温し、2段目の重合反応を行った。2段目の重合終了後、含水ゲル状物から共沸蒸留により水のみを系外に取り出した。脱水した含水ゲル状物に表面架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル168.8mgを添加後、80℃で2時間保持し、表面架橋を行った。その後、加熱乾燥し、微粉が無くシャープな粒度分布でパール状粒子の吸水性樹脂(A)を226.5gを得た。

【0084】製造例2：製造例1において、1段目重合用の单量体水溶液の内部架橋剤としてN,N'-メチレンビスアクリルアミド18.4mgに、2段目重合用の单量体水溶液(b)の内部架橋剤としてN,N'-メチレンビスアクリルアミド23.8mgに、表面架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテルの量を2

11.1mgに変更した以外は製造例1と同様の操作を行い、吸水性樹脂(B)を227.5g得た。

【0085】製造例3：製造例1において、保護コロイドとしてHLBが3.0のショ糖脂肪酸エステル（三菱化学株式会社製 S-370）の代わりに、HLBが3.0のポリオキシエチレン(5)硬化ヒマシ油（日本エマルジョン株式会社製 EMALEXHC-5）を使用した以外は、製造例1と同様の操作を行い、吸水性樹脂(C)を226.1g得た。

【0086】製造例4：製造例1において、保護コロイドとしてHLBが3.0のショ糖脂肪酸エステル（三菱化学株式会社製 S-370）の代わりに、HLBが6.5のモノステアリン酸ジグリセリル（太陽化学株式会社製 サンソフトQ-18B）を使用し、表面架橋剤を添加しない以外は、製造例1と同様の操作を行い、吸水性樹脂(D)を227.5g得た。

【0087】製造例5：製造例1において、表面架橋後、疎水処理として50mlのn-ヘプタンに分散したエチルセルロース2.1gを添加し、更に1時間保持した以外は、製造例1と同様の操作を行い、吸水性樹脂(E)を228.0g得た。

【0088】製造例6：製造例4において、2段目の重合終了後、脱水した含水ゲル状物に表面架橋剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル168.8gを添加後、疎水処理として50mlのn-ヘプタンに分散したエチルセルロース2.1gを添加し、更に1時間保持した以外は、製造例4と同様の操作を行い、吸水性樹脂(F)を228.2g得た。

【0089】製造例7：製造例6において、エチルセルロースに代えて、50mlのn-ヘプタンに分散した無水マレイン酸変性ポリエチレン（三井化学株式会社製 HIWAX 1105A）2.1gを添加した以外は、製造例6と同様の操作を行い、吸水性樹脂(G)を227.9g得た。

【0090】製造例8：製造例6において、50mlのn-ヘプタンに分散したエチルセルロースを加えずに、表面架橋後、すぐに加熱乾燥し、パール状粒子の吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂100重量部に対して0.2重量部の疎水性シリカ（日本シリカ工業株式会社製 ニップシールSS-100）を粉体ブレンドすることにより、吸水性樹脂(H)を229.3g得た。

【0091】製造例9：攪拌機、還流冷却器、滴下ロート、温度計および窒素ガス導入管を備えた1000ml容の五つ口円筒型丸底フラスコにn-ヘプタン500mlを加えた。これに分散助剤としてHLBが8.7のソルビタンモノラウレート（日本油脂株式会社製 LP-20R）1.84gを添加し、55℃に昇温して溶解した。

【0092】一方、500ml容の三角フラスコを用意し、まず、80重量%アクリル酸水溶液92gを加え

た。これに、外部から冷却しつつ、内温を30°C以下に保って30重量%水酸化ナトリウム水溶液102.2gを滴下して、75モル%の中和を行い、アクリル酸の部分中和物水溶液を調製した。更に、水50.3g、重合開始剤の過硫酸カリウム0.11gを添加し、これを重合用の单量体水溶液とした。

【0093】次に、上記单量体水溶液を、五つ口円筒型丸底フラスコに、攪拌下で全量加えて分散させ、系内を窒素で十分に置換した後70°Cの湯浴に浸けて昇温し、重合反応を行った。重合終了後、含水ゲル状物から共沸蒸留により水のみを系外に取り出した。その後、加熱乾燥し、顆粒状の吸水性樹脂(I)を98.4g得た。

【0094】製造例10：製造例1において、1段目、2段目の重合に使用するアクリル酸部分中和水溶液に添

#### 樹脂の割合50重量%

	使用樹脂	飽和吸水量 [g/g]	重量平均 粒子径 [μm]	吸収膨潤圧力[Pa]		吸収速度[秒]				逆戻り量 [g]	拡散長 [cm]
				10秒値	300秒値	1回目	2回目	3回目	合計		
実施例1	(A)	60	374	1960	101010	22	23	28	73	13.4	17
実施例2	(B)	53	396	2940	96110	23	17	30	70	18.6	19
実施例3	(C)	58	359	1960	91200	24	20	29	73	19.8	18
実施例4	(E)	59	388	1300	94500	22	19	27	68	10.9	20
実施例5	(F)	60	380	2460	98450	23	21	31	75	14.7	18
実施例6	(G)	59	377	2730	95520	22	19	33	74	16.5	18
実施例7	(H)	61	370	1780	95800	23	20	27	70	13.5	19
比較例1	(D)	62	370	24130	74340	26	49	78	153	33.3	15
比較例2	(I)	60	171	60800	68070	36	65	95	196	38.0	13
比較例3	(J)	55	385	980	67670	31	20	27	78	30.1	20

【0097】

#### 樹脂の割合60重量%

【表2】

	使用樹脂	吸収速度[秒]				逆戻り量 [g]	拡散長 [cm]
		1回目	2回目	3回目	合計		
実施例1	(A)	22	25	27	74	13.8	17
実施例2	(B)	23	19	31	73	18.9	18
実施例3	(C)	24	21	28	73	19.9	17
実施例4	(E)	22	20	29	71	11.5	19
実施例5	(F)	24	22	31	71	16.1	17
実施例6	(G)	23	20	33	76	17.2	17
実施例7	(H)	23	20	29	72	14.4	18
比較例1	(D)	26	62	85	173	40.1	14
比較例2	(I)	36	70	95	201	45.2	11
比較例3	(J)	31	22	29	82	39.5	18

【0098】表1、表2から明らかなように、吸水開始から10秒後の吸収膨潤圧力が小さく、吸水開始から30秒後の吸収膨潤圧力の大きな製造例1, 2, 3, 5, 6, 7, 8により製造された吸水性樹脂を用いた吸収体（吸収性物品）は、吸収体の吸水性樹脂の割合が比較的に大きな場合（50重量%、60重量%）であっても、拡散長を大きく維持しつつも、逆戻り量が小さくできることが確認された。

【0099】

【発明の効果】以上のように、本発明の吸収体は、吸収体中の吸水性樹脂の割合が大きても優れた拡散性を発揮するばかりか、逆戻り量も少ない。そのため、本発明の吸収性物品では、実際の使用状態において漏れを防ぎ、ドライ感を与えることができるなどの優れた性能（吸水特性）を発揮することができる。

(10) 2003-88553 (P2003-88553A)

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7  
// A 6 1 F 5/44  
C O 8 L 101:00

識別記号

F I  
A 6 1 F 13/18

3 0 7 F

(参考)

(72) 発明者 藤掛 正人  
兵庫県姫路市飾磨区入船町 1番地 住友精  
化株式会社機能樹脂研究所内

F ターム(参考) 3B029 BA17  
4C003 AA23 HA06  
4C098 AA09 CC03 DD06 DD10 DD24  
DD25 DD26  
4F070 AA03 AA29 AB03 AB08 AB13  
AC87 AC89 AE08 GA06 GC01  
4F072 AB03 AB04 AB06 AD01 AD08  
AD09 AD52 AD53 AG04 AK04  
AL01